

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-312530

(43)Date of publication of application : 24.11.1998

(51)Int.Cl.

G11B 5/704
G11B 5/84

(21)Application number : 09-120984

(71)Applicant : KAO CORP

(22)Date of filing : 12.05.1997

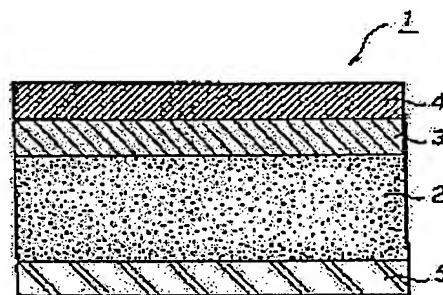
(72)Inventor : OTSUKA KAZUTOSHI
ONODA KEIICHI
HARA KATSUTOSHI

(54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND FABRICATION OF THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To simultaneously obtain wear proof characteristic of back layer and transfer preventing effect.

SOLUTION: An inorganic powder of the Mohs hardness of 7 or more is contained in a back layer 5. This inorganic powder should be 96% or more in terms of the number of grains in the size range from 0.12 μ m to 0.70 μ m. As the manufacturing process, a mixed liquid is obtained by mixing a first dispersed solution in which an inorganic powder having the Mohs hardness of 7 or more and including 90% or more in terms of number of powder in the grain size range from 0.12 to 0.3 μ m and a binding agent are dispersed uniformly to a solvent in the weight ratio of 15/1 to 5/1, and a second dispersed solution in which carbon black and a binding agent are dispersed uniformly to the solvent in the weight ratio of 7/3 to 2/3. This mixed liquid is subsequently subjected to the dispersion process to obtain the paint to be applied to the back layer, and this paint is then applied to the non-magnetic supporting layer to form a back layer.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-312530

(43) 公開日 平成10年(1998)11月24日

(51) Int.Cl.⁴

G 1 1 B 5/704
5/84

識別記号

F I

G 1 1 B 5/704
5/84

Z

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願平9-120984

(22) 出願日 平成9年(1997)5月12日

(71) 出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72) 発明者 大塚 和俊

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内

(72) 発明者 小野田 恵一

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内

(72) 発明者 原 克俊

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内

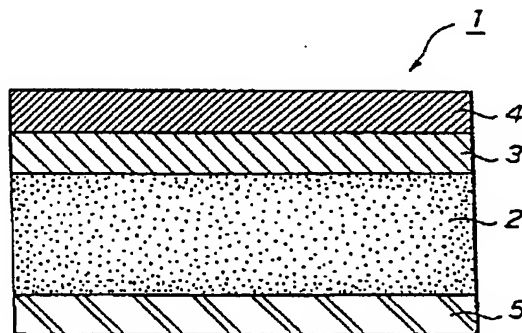
(74) 代理人 弁理士 羽島 修 (外1名)

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体及びその製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 バック層の耐摩耗性と転写防止効果を両立させる。該製法。

【解決手段】 バック層5にモース硬度7以上の無機質粉体を含有させる。この無機質粉体は、粒径0.12 μ m~0.70 μ mの範囲のものを個数換算で95%以上とする。製造においては、モース硬度が7以上で、且つ粒径が0.12~0.3 μ mの粉体を個数換算で90%以上含有する無機質粉体と結合剤とを15/1~5/1の重量比で溶媒に均一に分散させた第一の分散液と、カーボンブラックと結合剤とを7/3~2/3の重量比で溶媒に均一に分散させた第二の分散液とを混合して混合液とし、引き続きこれに分散工程を施しバック層用塗料とし、この塗料を非磁性支持体に塗布してバック層を形成する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 非磁性支持体の一方の面に磁性層を備え、他方の面にバック層を備えてなる磁気記録媒体において、該バック層はモース硬度7以上の無機質粉体を含有し、且つ該無機質粉体は、粒径 $0.12\mu\text{m}\sim 0.70\mu\text{m}$ の範囲にあるものが個数換算で95%以上を占めていることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】 上記無機質粉体の平均粒径 d_1 が $0.15\sim 0.4\mu\text{m}$ である請求項1に記載の磁気記録媒体。

【請求項3】 上記バック層の乾燥厚さが $0.05\sim 1\mu\text{m}$ である請求項1または2に記載の磁気記録媒体。

【請求項4】 上記磁性層が研磨剤としてモース硬度7以上の無機質粉体を含有し、且つその平均粒径 d_2 と上記バック層に含有されているモース硬度7以上の無機質粉体の平均粒径 d_1 との比 (d_2/d_1) が $1/5\sim 1/1$ である請求項1～3のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項5】 非磁性支持体の一方の表面に磁性層用塗料を塗布して磁性層を形成し、他方の面にバック層用塗料を塗布してバック層を形成してなる磁気記録媒体の製造方法において、

(イ) モース硬度が7以上で、且つ粒径が $0.12\sim 0.3\mu\text{m}$ の粉体を個数換算で90%以上含有する無機質粉体と結合剤とを $15/1\sim 5/1$ （無機質粉体/結合剤）の重量比で溶媒に均一に分散させた第一の分散液と、カーボンブラックと結合剤とを $7/3\sim 2/3$ （カーボンブラック/結合剤）の重量比で溶媒に均一に分散させた第二の分散液とを、各々別々に調製し、

(ロ) 該第一の分散液と該第二の分散液とを混合して混合液となし、

(ハ) 引き続き該混合液について分散工程を施して上記バック層用塗料を調製し、その後

(ニ) 該バック層用塗料を上記非磁性支持体に塗布してバック層を形成する、ことを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、磁気テープ、磁気ディスク等の磁気記録媒体に関するものであり、特に走行耐久性に優れる磁気記録媒体に関するものである。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】 ビデオテープやコンピュータ記憶装置用の磁気テープは、磁気ヘッドを介して記録・再生がなされる。このとき大部分の磁気テープでは直接磁気ヘッドと磁気記録媒体が接触する方式をとっているため、磁気記録媒体の表面やバック層は常に摩耗しやすい環境にある。またテープ型の媒体の場合、ロール状に巻き取られた状態ではバック層の表面形状が磁性層表面に接触しその表面形状が転写されるおそれがある。

【0003】 摩耗性改善や転写防止に関する技術は、これまでに多く提案されている。例えば、特公平7-66521号公報には、粒径の異なるカーボンブラックと微細な硬質無機粉末を含有するバック層を設けることにより、バック層の摩耗性を改善することが提案されている。しかし、比較的微細な硬質の無機粉末が添加されているだけであるため、表面の粗さは小さいものの磁気ヘッドとの接触面積が大きく、摩耗性は十分でない。また、特開平7-161037号公報には、微細粒径の無機質粉末と粗粒径の無機質粒子を均一に分散させたバック層を設けることによりバック層の磁性層表面への転写を防止することが提案されている。しかし、この方法では微細径の無機質粒子が粗粒径の無機質粒子に付着しやすく、凝集して無機質粒子が大径化してしまい、バック層表面の粗さが磁性層表面に比べて極端に粗くなることがあるので転写防止効果は十分ではない。

【0004】 従って、本発明の目的は、耐摩耗性と転写防止効果を両立したバック層を有する磁気記録媒体及びその製法を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、上記目的を達成すべく鋭意研究を行った結果、溶媒に特定粒径の硬質無機質粉体を分散させた後に、これとは別に用意したカーボンブラック分散液とを混合、分散することにより、比較的微細な径を有する硬質無機質粉体と比較的大きな径を有する硬質無機質粉体とを共存させたバック層用塗料を作成することができ、これを非磁性支持体上に塗布することにより、耐摩耗性と転写による出力劣化防止とを両立する磁気記録媒体を得られることを見いだした。

【0006】 本発明は、上記知見に基づいてなされたものであり、非磁性支持体の一方の面に磁性層を備え、他方の面にバック層を備えてなる磁気記録媒体において、該バック層はモース硬度7以上の無機質粉体を含有し、且つ該無機質粉体は、粒径 $0.12\mu\text{m}\sim 0.70\mu\text{m}$ の範囲にあるものが個数換算で95%以上を占めていることを特徴とする磁気記録媒体、及び非磁性支持体の一方の表面に磁性層用塗料を塗布して磁性層を形成し、他方の面にバック層用塗料を塗布してバック層を形成してなる磁気記録媒体の製造方法において、(イ) モース硬度が7以上で、且つ粒径が $0.12\sim 0.3\mu\text{m}$ の粉体を個数換算で90%以上含有する無機質粉体と結合剤とを $15/1\sim 5/1$ （無機質粉体/結合剤）の重量比で溶媒に均一に分散させた第一の分散液と、カーボンブラックと結合剤とを $7/3\sim 2/3$ （カーボンブラック/結合剤）の重量比で溶媒に均一に分散させた第二の分散液とを、各々別々に調製し、(ロ) 該第一の分散液と該第二の分散液とを混合して混合液となし、(ハ) 引き続き該混合液について分散工程を施して上記バック層用塗料を調製し、その後(ニ) 該バック層用塗料を上記非磁

性支持体に塗布してバック層を形成する、ことを特徴とする磁気記録媒体の製造方法を提供するものである。

【0007】

【発明の実施の形態】以下、本発明の磁気記録媒体について詳細に説明する。図1に、本発明の好ましい磁気記録媒体の構成が模式的に例示されている。図1に示す磁気記録媒体1は、非磁性支持体2と非磁性支持体2の表面側に設けられた中間層3と、磁性層4とが設けられ、非磁性支持体の裏面に設けられたバック層5とから構成される。磁性層4は強磁性体粉末及びバインダを含む。10

【0008】以下、本発明の磁気記録媒体を構成する支持体及び各層等の詳細について説明する。まず、本発明で使用される非磁性支持体2について説明する。該非磁性支持体2としては、通常公知のものを特段の制限なく使用することができる。具体的には、高分子樹脂からなる可撓性フィルムやディスク、Cu、Al、Znなどの非磁性金属、ガラス、磁器、陶器などのセラミックなどからなるフィルム、ディスク、カードを用いることができる。

【0009】上記可撓性フィルム及びディスク等を形成する高分子合成樹脂としては、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、ポリシクロヘキシレンジメチレンテレフタレート、ポリエチレンビスフェノキシカルボキシレート等のポリエステル類；ポリエチレン、ポリプロピレンなどのポリオレフィン類；セルロースアセテートブチレート、セルロースアセテートプロピオネートなどのセルロース誘導体；ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデンなどのビニル系樹脂；ポリアミド；ポリイミド；ポリカーボネート；ポリスルホン；ポリエーテル・エーテルケトン；ポリウレタン等が挙げられる。使用に際しては、これらより選ばれる1種単独または2種以上を組み合わせ用いることができる。

【0010】次に、磁性層4について説明する。磁性層4は、通常磁気記録媒体1の最上層、即ち磁気記録媒体1の表面に存在する層であり、磁性体粉末、結合剤及び溶剤を主成分とする磁性塗料を用いて形成することができる。

【0011】上記磁性体粉末としては、例えば、 γ -Fe₂O₃、Co被着 γ -Fe₂O₃等の酸化鉄系磁性粉末、鉄単独又は鉄を主体とする強磁性金属粉末、及び六方晶系フェライト粉末などが挙げられる。

【0012】上記強磁性金属粉末としては、金属分が50重量%以上であり、該金属分の50重量%以上が鉄である強磁性金属粉末が挙げられる。該強磁性金属粉末の具体例としては、例えばFe、Fe-Co、Fe-Ni、Fe-Al、Fe-Ni-Al、Fe-Co-Ni、Fe-Ni-Al-Zn、Fe-Al-Si等の合金の粉末が挙げられる。上記酸化鉄系及び鉄を主体とする強磁性金属粉末では、その形状は針状または紡錘状で

あることが好ましい。そしてその長軸長は、好ましくは0.05~0.25 μ m、更に好ましくは0.05~0.2 μ mである。また、好ましい針状比は3~20、好ましい粒径は、X線法で測定した値として、130~250Åであり、好ましい比表面積は30~70m²/gである。

【0013】また、上記六方晶系フェライトとしては、微小平板状のバリウムフェライト及びストロンチウムフェライト並びにそれらのFe原子の一部がTi、Co、Ni、Zn、V等の原子で置換された磁性粉末等が挙げられる。また、該六方晶系フェライト粉末は、好ましい板径が0.02~0.09 μ mであり、好ましい板状比が2~7であり、好ましい比表面積が30~60m²/gである。

【0014】上記磁性体粉末の保磁力は、1500~2500Oeであることが好ましく、特に1600~2400Oeであることが好ましい。上記範囲内であれば全波長領域でのRF出力が過不足なく得られ、しかもオーバーライト特性も良好となる。

【0015】また、上記酸化鉄系磁性粉の飽和磁化は30~95emu/gであることが好ましく、特に50~90emu/gであることが好ましい。また、上記強磁性金属粉末の飽和磁化は、100~180emu/gであることが好ましく、特に110~160emu/gであることが好ましい。上記六方晶系フェライト粉末の飽和磁化は、30~70emu/gであることが好ましく、特に45~70emu/gであることが好ましい。上記範囲内であれば十分な再生出力が得られる。

【0016】また、上記磁性層4の形成に用いられる磁性塗料に含有される磁性体粉末には、必要に応じて希土類元素や遷移金属元素を含有させることができる。

【0017】なお、本発明においては、上記磁性体粉末の分散性などの向上させるために、該磁性体粉末に表面処理を施してもよい。上記表面処理は、「Characterization of Powder Surfaces」(Academic Press)に記載されている方法等と同様の方法により行うことができ、例えば上記強磁性体粉末の表面を無機質酸化物で被覆する方法が記載されており、好適に採用することができる。この際用いることができる上記無機質酸化物としては、Al₂O₃、SiO₂、TiO₂、ZrO₂、SnO₂、Sb₂O₃、ZnOなどが挙げられ、使用に際してはこれらを単独で用いても2種以上を併用してもよい。なお、上記表面処理は上記の方法以外にシランカップリング処理、チタンカップリング処理及びアルミニウムカップリング処理などの有機処理によっても行うことができる。

【0018】上記磁性層4を形成する磁性塗料に用いられる上記結合剤としては、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、及び反応型樹脂等が挙げられ、使用に際しては単独又は併用して用いることができる。上記結合剤の具体例

としては、塩化ビニル系の樹脂、ポリエステル、ポリウレタン、ニトロセルロース、エポキシ樹脂等が挙げられ、その他にも、特開昭57-162128号公報の第2頁右上欄19行～第2頁右下欄19行等に記載されている樹脂等が挙げられる。さらに、上記結合剤は、分散性等向上のために極性基を含有してもよい。上記結合剤の配合割合は、上記非磁性粉末又は磁性粉末100重量部に対して、5～200重量部が好ましく、5～70重量部が更に好ましい。

【0019】上記磁性層4に用いられる磁性塗料に含有される溶剤としては、ケトン系の溶剤、エステル系の溶剤、エーテル系の溶剤、芳香族炭化水素系の溶剤及び塩素化炭化水素系の溶剤などが挙げられ、具体的には上記特開昭57-162128号公報の第3頁右下欄17行～第4頁左下欄10行等に記載されている溶剤を用いることができる。上記溶剤の使用量は、上記磁性粉末100重量部に対して80～500重量部とすることが好ましく、100～350重量部とすることが更に好ましい。

【0020】また、上記磁性層4には研磨剤として無機質粉体が含有されている。無機質粉体として、具体的には、アルミナ酸化チタン、酸化カルシウム、酸化クロム、炭化珪素、炭酸カルシウム、酸化亜鉛、 α -Fe₂O₃、タルク、カオリン等が挙げられる。これらのうち、モース硬度7以上のものが耐久性の面から好ましく使用される。また、該無機質粉体の平均粒径 d_p は、0.1～0.4 μ mであることが好ましい。後述するように、テープ状磁気記録媒体ではロール状に巻き取られた場合にバック層からの転写防止効果が大きいからである。

【0021】また、上記磁性層4の形成に用いられる磁性塗料には、分散剤、潤滑剤、帯電防止剤、防錆剤、防霉剤及び効微剤などの通常の磁気記録媒体に用いられる添加剤を必要に応じて添加することができる。上記添加剤として具体的には、上記特開昭57-162128号公報の第2頁左下欄6行～第2頁右下欄10行及び第3頁左下欄6行～第3頁右上欄18行等に記載されている種々の添加剤を挙げることができる。

【0022】上記磁性層4の厚さは磁性層一層のみが設けられる場合は0.05～5 μ mであることが好ましく、特に0.10～0.5 μ mであることが好ましい。また、図1の様に中間層上に磁性層が設けられる場合には、0.01～2 μ m、特に0.05～0.5 μ mが好ましい。磁性層4の厚さが上記範囲内であれば、耐久性と出力安定性のバランスにおいて優れ好ましい。

【0023】次に、磁性層4の下に設けられる中間層3について説明する。該中間層3は、磁性を有する層であっても、非磁性の層であってもよい。上記中間層3が磁性を有する層である場合には、上記中間層3は磁性粉末を含有する磁性の層（以下、磁性中間層という）であ

り、磁性粉末、結合剤及び溶剤を主成分とする磁性塗料を用いて形成される。磁性粉、結合剤及び溶剤としては、上記磁性層4に使用されるものを使用できる。一方、上記中間層3が非磁性である場合には、上記中間層3は非磁性粉末を含有する層（以下、非磁性中間層という）であり、非磁性粉末、結合剤及び溶剤を主成分とする非磁性塗料を用いて形成される。

【0024】上記磁性中間層の形成に用いられる磁性塗料に含有される磁性粉末としては、強磁性粉末が好ましく用いられ、該強磁性粉末としては軟磁性粉末及び硬磁性粉末のいずれもが好ましく用いられる。該軟磁性粉末の種類は特に制限されないが、通常磁気ヘッドや電子回路などのいわゆる弱電機器に用いられているものが好ましく、例えば近角聡信著「強磁性体の物理（下）磁気特性と応用」（裳華房、1984年）368～376頁に記載されているソフト磁性材料（軟磁性材料）を使用でき、具体的には酸化物軟磁性粉末を使用することができる。

【0025】次に、上記非磁性中間層について説明する。非磁性中間層の形成に用いられる非磁性塗料に含有される非磁性粉末としては、例えば、カーボンブラック、グラファイト、酸化チタン、硫酸バリウム、硫化亜鉛、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、酸化亜鉛、酸化カルシウム、酸化マグネシウム、二酸化マグネシウム、二硫化タングステン、二硫化モリブデン、窒化ホウ素、二酸化錫、二酸化珪素、非磁性の酸化クロム、アルミナ、炭化珪素、酸化セリウム、コランダム、人造ダイヤモンド、非磁性の酸化鉄、ザクロ石、ガーネット、ケイ石、窒化珪素、炭化モリブデン、炭化ホウ素、炭化タングステン、炭化チタン、ケイソウ土、ドロマイト、樹脂性の粉末などが挙げられる。これらの中でも非磁性の酸化鉄、酸化チタン、カーボンブラック、アルミナ、酸化珪素、窒化珪素、窒化ホウ素などが好ましく用いられる。これら非磁性粉末は単独で用いても、2種以上併用してもよい。

【0026】上記非磁性粉末の形状は、球状、板状、針状、無定形のいずれでもよく、また、その大きさは、球状、板状、無定形のものの場合は、5～200nmであることが好ましく、また、針状のものは、長軸長が20～300nmで針状比が3～20であることが好ましい。

【0027】上記中間非磁性塗料に含有される結合剤及び溶剤も、上記磁性層4の形成に用いられる磁性塗料に含有される結合剤及び溶剤と同様のものが用いられる。上記結合剤の配合割合は、上記非磁性粉末の合計量100重量部に対して、5～200重量部が好ましく、5～70重量部が更に好ましい。また、上記溶剤の配合割合は、上記非磁性粉末の100重量部に対して、80～500重量部とすることが好ましく、特に100～350重量部とすることが好ましい。

10

20

30

40

50

【0028】上記中間層の厚さは0.2~5 μ mであることが好ましく、特に0.5~4 μ mであることが好ましい。上記範囲であれば磁気記録媒体において十分な曲げ剛性が得られる。

【0029】次に、バック層5について説明する。該バック層5は、モース硬度7以上の無機質粉体を含有し、個数換算で該無機質粉体の95%以上が粒径0.12~0.70 μ mの範囲にある。モース硬度が7より小さいとバック層の耐摩耗性が不十分となる。好ましくは、モース硬度は8以上である。このような無機質粉体としては、 α -Al₂O₃（モース硬度9）、酸化チタン（モース硬度7）、酸化クロム（モース硬度8）などが挙げられる。これらは、単独あるいは2種以上併用して用いることができる。

【0030】上述の通り、本発明においては、上記バック層に含有されているモース硬度が7以上の上記無機質粉体のうち、個数換算で粉体の95%以上が粒径0.12~0.7 μ mの範囲に存在することが必須である。この範囲であれば比較的微細径の、例えば粒径が0.12~0.3 μ mの無機質粉体はバック層全体に密に存在するので骨材効果によりバック層の強度、特にテープ剛性を高めるのに役立ち、ヘッドタッチを良好にし、安定した出力特性を得ることができる。一方比較的大きな粒径の、例えば粒径が0.5~0.7 μ mの無機質粉体はバック層に粗な状態で存在するので、バック層表面と磁気ヘッドやガイドロール、ガイドピンなどの走行系との接触面積が減少し、その結果耐摩耗性が改善され、しかもバック層表面の平滑性を大きく損ねることがないため、磁性層への転写が少なく出力特性を劣化させることがない。モース硬度が7以上の上記無機質粉体に、粒径の範囲が0.15~0.65 μ mにある粉体が、個数換算で95%以上存在すると転写防止効果が大きいので好ましい。更に、粒径0.12~0.7 μ mの範囲の上記無機質粉体のなかで、粒径0.35~0.5 μ mのものが、個数換算で95%以上占めることが好ましい。

【0031】また、上記無機質粉体の平均粒径 d_1 は、0.15~0.4 μ mであることが好ましく、0.18~0.35 μ mであることがより好ましい。この範囲であれば、転写防止効果とバック層の耐摩耗性が良好で、且つ磁性層と磁気ヘッドとの接触状態が良好となり良好な出力安定性が得られる。

【0032】なお、上記バック層中の無機質粉体の粒径及び粉体の個数は、電子顕微鏡（SEM）を用いて、バック層の表面を直接観察することにより測定される。その詳細は、後記実施例において詳しく説明されている。

【0033】バック層に含有されているモース硬度7以上の上記無機質粉体の平均粒径 d_1 と、磁性層に研磨剤として含有されている好ましくはモース硬度7以上の無機質粉体の平均粒径 d_2 との比（ d_1/d_2 ）は、1/5~1/1であることが好ましく、1/3~1/1であ

ることがより好ましい。上記条件を充足することにより、磁性層の強度を保つとともに、良好な表面性を得ることができ、耐久性、出力特性の点において好ましい結果をもたらす。

【0034】上記バック層は、モース硬度7以上の上記無機質粉体をカーボンブラックに対して0.1~10重量部含有することが好ましく、0.5~5重量部含有することがより好ましい。

【0035】また、上記バック層は、モース硬度7未満の無機質粉体、例えば硫酸バリウム、炭酸カルシウム、酸化亜鉛、カーボンブラックを含有することができるが、カーボンブラックを含有することが帯電性、表面平滑性、走行性、光透過率が優れる点で好ましい。上記バック層に含有されているモース硬度7未満の無機質粉体とモース硬度7以上の無機質粉体の合計個数中に、モース硬度7以上の無機質粉体が占める割合は0.5~10%であることが好ましく、1~5%であることがより好ましい。

【0036】図1に示した磁気記録媒体は以下の方法によって製造することができる。まず、上記支持体2に上記中間層3を形成する磁性または非磁性の塗料と、上記磁性層を形成する磁性塗料とを中間層3及び磁性層の乾燥厚みが所望の厚みになるように同時重層塗布法によって塗膜形成する。このとき、同時重層塗布法は特開平5-73883号公報の第42欄31行~第43欄31行に記載されている方法に従って行うことができる。次いで、該塗膜に対して磁場配向処理を行った後乾燥し、カレンダー処理を行う。この後に上記支持体の裏面に上記バック層塗料を塗布してバック層を設け、乾燥処理を行う。更にエージング処理を行った後に所望の幅に裁断する。

【0037】上記バック層は、以下の方法で形成することができる。即ち、モース硬度が7以上、好ましくは8以上で、且つ粒径が0.12~0.3 μ mの粉体を個数換算で90%以上含有する無機質粉体と結合剤とを15/1~5/1、好ましくは12/1~7/1の重量比（無機質粉体/結合剤）で溶媒に均一に分散させた第一の分散液と、カーボンブラックと結合剤を7/3~2/3、好ましくは5/3~2/3の重量比（カーボンブラック/結合剤）で溶剤に均一に分散させた第二の分散液とを各々別々に調製した後に、第一の分散液と第二の分散液とを、第二の分散液100重量部に対して第一の分散液が好ましくは1~50重量部、更に好ましくは2~30重量部となるような量で混合し、分散工程を施してバック層塗料を調製する。ここでの分散工程は、カーボンブラック及び無機質粉体を均一に分散する目的で行われるものであって、例えば、ニーダー、加圧ニーダー、ボールミル、サイドグラインダー、高速インペラー、ディスパー、サンドミル等を用いて行うことができる。そして、このバック層塗料を非磁性支持体に塗布すること

によって上記バック層が形成される。尚、上記分散前の無機粉体の粒径は、該無機粉体を分散剤とともに分散させた状態のものを乾燥してSEMにより観察して決定した。

【0038】上記無機質粉体の粒径が0.12~0.3μmの範囲であると、上記バック層塗液中の無機質粉体の個数の95%以上が粒径0.12~0.7μmとなり好ましい。上記分散工程前の無機質粉体は、粒径0.12μm未満のもの及び0.3μmを超えるものの合計個数が10%を超えると上記バック層塗料が得られない。これは、例えば粒径が0.12μm未満のものが多くと無機微粒子が分散されすぎて凝集が全く起こらないので微細径のものしか得られず、反対に分散が弱いと凝集が起こり大きな径のものしか得られないからであると推定される。また、粒径が0.3μmを超えるものが多い場合、例えば粒径が0.3を超え0.7μm以下のときは、互いに凝集したり、近傍に存在する微細な粉体の核となって大径化して、0.7μmを超えるものが多量にできる。また、バック層塗料中の無機質粉体の平均粒径は、0.7μmを超えて極端に大きくなってしまいか、0.1μm未満となり極端に小さくなってしまいか、この場合、バック層の表面平滑性やバック層の耐摩耗性に影響を及ぼすおそれがある。

【0039】上記磁場配向処理は、上記中間層を形成する上記磁性または非磁性の塗膜及び上記磁性層を形成す*

<塗料の配合>

中間塗料の配合

・非磁性粉末(α-酸化鉄:針状、平均長軸長0.18μm)	100部
・研磨剤(アルミナ:平均粒径0.30μm, BET比表面積11.4m ² /g)	12部
・帯電防止剤(カーボンブラック:平均一次粒径20nm)	2部
・結合剤	
〔商品名「MR110」(塩化ビニル系共重合体樹脂、日本ゼオン(株)製)	11部
〕	
〔商品名「UR8300」(スルホン酸基含有ポリウレタン系樹脂、東洋紡績(株)製)固形分30%のメチルエチルケトン/トルエン=1/1の溶液〕	13部
・潤滑剤(ミリスチン酸)	2部
(ブチルステアレート)	2部
・硬化剤〔商品名「コロネートL」(イソシアネート系硬化剤)〕	4部
・溶剤(メチルエチルケトン/トルエン/シクロヘキサノン: 混合重量比1/1/1の混合溶剤)	300部

【0045】

磁性塗料の配合

・鉄を主体とする強磁性粉末(保磁力17500e, 飽和磁化125emu/g,平均長軸長0.18μm,)	100部
・研磨剤(α-アルミナ:平均粒径0.10μm,モース硬度9)	14部
・帯電防止剤(カーボンブラック:平均一次粒径0.02μm)	1部
・結合剤	
〔商品名「MR-110」(塩化ビニル系共重合体樹脂、日本ゼオン(株)製)	

* 上記磁性塗料が乾燥する前に行われ、例えば本発明の磁気記録媒体が磁気テープの場合には上記磁性層を形成する磁性塗料の塗布面に対して平行方向に約5000e以上、好ましくは1000~100000eの磁界を印加する方法や、上記中間層を形成する磁性または非磁性の塗料及び上記磁性層を形成する磁性塗料が湿润状態のうちに1000~100000eのソレノイドなどの中を通過させる方法などによって行うことができる。

【0040】また上記カレンダー処理は、メタルロール及びコットンロールもしくは合成樹脂ロール、メタルロール及びメタルロールなどの2本のロール間を通すスーパーカレンダー処理などによって行うことができる。

【0041】上記乾燥処理は、例えば、30~120℃に加熱された気体の供給により行うことができ、この際、気体の温度とその供給量とを制御することにより塗膜の乾燥程度を調整することができる。

【0042】

【実施例】次に、実施例及び比較例により本発明を更に具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。なお、以下の例中、「部」は特に断らない限り「重量部」を表す。

【0043】〔実施例1〕下記配合の塗料(中間塗料及び磁性塗料)を用いて下記(1)~(3)の工程を行うことにより、磁気記録媒体としての磁気テープを得た。

【0044】

11	12
))	11部
〔商品名「UR8300」(スルホン酸基含有ポリウレタン系樹脂、東洋紡績(株)製)固形分30%のメチルエチルケトン/トルエン=1/1の溶液〕	26部
・潤滑剤(ミリスチン酸)	4部
(ブチルステアレート)	2部
・硬化剤〔商品名「コロネートL」(イソシアネート系硬化剤)〕	4部
・溶剤(メチルエチルケトン/トルエン/シクロヘキサノン：)	300部
混合重量比1/1/1の混合溶剤)	

【0046】

10

バック層塗料の配合

(1) 第一の分散液の配合

・α-アルミナ	100部
〔商品名「AKP-50」(住友化学製)、モース硬度9、粒径0.12~0.3μmの粉体が全体の個数の95%以上を占める、平均粒径0.2μm)	
・結合剤	30部
〔商品名「UR-8300」(スルホン酸基含有ポリウレタン系樹脂、東洋紡績(株)製)固形分30%のメチルエチルケトン/トルエン=1/1の溶液〕	
ニトロセルロース(粘度1/2"のもの、固形分として)	10部
・溶剤(メチルエチルケトン/トルエン/シクロヘキサノン：)	100部
混合重量比1/1/1の混合溶剤)	

(2) 第二の分散液の配合

・カーボンブラック(平均一次粒径：17nm)	40部
・ポリウレタン樹脂	50部
〔商品名「ニッポラン2301」(日本ポリウレタン工業(株)製)、固形分20%のメチルエチルケトン/トルエンの溶液〕	
ニトロセルロース(粘度1/2"のもの、固形分として)	20部
・硬化剤〔商品名「コロネートL」(イソシアネート系硬化剤)〕	2部
・溶剤(メチルエチルケトン/トルエン/シクロヘキサノン：)	420部
混合重量比1/1/1の混合溶剤)	

【0047】(1) 塗料調製・塗料供給工程

中間塗料の調製

非磁性粉末、研磨剤、帯電防止剤、及び結合剤を、溶剤により固形分濃度が85重量%となるように調整し、粉体混合機(グラネタリーミキサー)で混合して混合物とした。次に、該混合物を、強力な剪断を付加できる固練り機(連続式二軸混練用押し装置)で分散した後、溶剤により固形分濃度が38重量%となるように調整し、粒径0.8mmのチタニアビーズを備えたミリング装置(縦型式サンドミル)で更に分散して混練物とした。次いで、該混練物に、潤滑剤を添加した後、溶剤により固形分濃度が塗料を塗布するために必要な濃度である35重量%となるように調整し、攪拌機で1時間攪拌した後、絶対濾過精度1μmの濾過フィルターを用いて濾過した。その後、濾過した混練物を予め攪拌機で攪拌しておき、そこへ硬化剤を添加することにより、中間塗料を調製した。

【0048】磁性塗料の調製

強磁性粉末、研磨剤、帯電防止剤、及び結合剤を、溶剤により固形分濃度が83重量%となるように調整し、粉

体混合機で混合して混合物とした。次に、該混合物を、強力な剪断を付加できる固練り機(連続式二軸混練用押し装置)で分散した後、溶剤により固形分濃度が35重量%となるように調整し、粒径0.8mmのチタニアビーズを備えたミリング装置(縦型式サンドミル)で更に分散して混練物とした。次いで、該混練物に、潤滑剤を添加した後、溶剤により固形分濃度が塗料を塗布するために必要な濃度である30重量%となるように調整し、攪拌機で1時間攪拌した後、絶対濾過精度1μmの濾過フィルターを用いて濾過した。その後、濾過した混練物を予め攪拌機で攪拌しておき、硬化剤を添加することにより、磁性塗料を調製した。

【0049】バック層塗料の調製

まず、α-アルミナに所定量の結合剤と少量の溶剤を加えこれをニーダー、加圧ニーダー等で混練後、適量の溶剤にて希釈し、サンドミル等にて分散処理を施し、さらに溶剤により固形分濃度が5%になるようにし、これを第一の分散液とした。次に、カーボンブラックに所定量の結合剤、溶剤を上記した同様の方法で混合し、混練、分散処理を施した後、固形分濃度が16%になるよ

うに溶剤を加え混練物とし、これを第二の分散液とした。最後に、第一の分散液0.4部を第二の分散液100部に添加し、これをサンドミル等を用い分散処理を施した後、攪拌機にて30分間攪拌した後、絶対濾過精度1 μ mの濾過フィルターを用いて濾過した。その後、濾過した混練物に硬化剤を添加し、バック層塗料を調整した。

【0050】中間塗料及び磁性塗料の供給

調製された中間塗料及び磁性塗料は、塗料供給装置に貯蔵させておき、該塗料供給装置から、高性能ギアポンプを用いて定量的にエクストルージョンタイプ塗布装置（ダブルタイプ）に送液した。そして、該塗布装置から中間塗料及び磁性塗料を送液し、塗布直前に、塗料送液ラインに設置した絶対濾過精度1 μ mの濾過装置を用いて濾過した後、塗料塗布工程に供給した。

【0051】（2）塗料塗布・カレンダー・バック層塗料塗布工程

非磁性支持体（厚さ4.5 μ mのポリアミドフィルム）を、速度100m/分で送り出し、先ず該非磁性支持体の表面（塗布面）を除塵処理し、次いでコロナ放電処理した。そして、処理した非磁性支持体の表面上に、塗料供給装置から送液し濾過した中間塗料と磁性塗料とを、エクストルージョンタイプ塗布装置を用いて、該中間塗料の乾燥膜厚（中間層の膜厚）が1.35 μ m、該磁性塗料の乾燥膜厚（磁性層の膜厚）が0.25 μ mとなるように、ウェット・オン・ウェット方式により同時重層塗布を行い、中間層及び磁性層の塗膜を形成した（下側が中間層、上側が磁性層となるように形成した）。次に、塗膜が湿潤状態のうちに、磁束密度5000ガウスの永久磁石を用いて配向処理を行い、更に磁束密度5000ガウスのソレノイド電磁石と、熱風温度が30℃に調整された塗工ライン中の乾燥機とを用いて配向固定化処理を行った。その後、磁気記録媒体中の残留溶剤を規定の値（対中間層及び磁性層重量；好ましくは2000ppm以下）にするために、熱風温度が30～120℃に調整された塗工ライン中の乾燥機で乾燥処理を行った後、巻き取った。

【0052】次に、除塵処理及び帯電防止処理を行った後、その表面性を規定の値（中心線表面粗さRa；好ましくは4nm以下）にするために、カレンダー処理（鏡面化処理）を行った。該カレンダー処理の条件は、7段式スーパーカレンダーを用い、ラインスピードを100m/min、ロール線圧を300kgf/cm、ロール表面温度を100℃として行なった。なお、上記除塵処理及び帯電防止処理は、上記カレンダー処理の直前で行なった。

【0053】次に、上記中間塗料及び磁性塗料中に添加した硬化剤の硬化反応を完了させるために、60℃、40%RHの部屋で、72時間放置して、エージング処理を行った。その後、ドライブ中での走行安定性を確保するために、磁気記録媒体の裏面上に、結合剤中に均一に

分散させた α -アルミナ及びカーボンブラックを主成分とする上記で調製したバック層塗料を乾燥膜厚（バック層の膜厚）が0.5 μ mとなるように塗布し、30～120℃にて乾燥処理を行なった後、巻き取り、磁気記録媒体の原反を得た。

【0054】（3）スリット・研磨・検査・組立て工程得られた原反を、ドライブに合わせて3.8mmにスリットし、バンケーキとした。このバンケーキを用いて全長が120mのテープ長さである磁気記録媒体としての磁気テープを得た。

【0055】上述のようにして得られた磁気テープについて、下記〔測定法〕に従い、バック層の特性、出力及びバック層削れを測定した。それらの結果を下記〔表1〕に示す。

【0056】〔測定法〕

（1）バック層の特性

◎粒径0.12～0.7 μ mの α -アルミナ粉体の個数%

電子顕微鏡（SEM）〔機種：S-4000型電界放射形走査電子顕微鏡（日立製）〕を用い、加速電圧5kV：倍率5000倍にて、直接バック層面を観察し、肉眼にて確認できるものをカウントした。但し、粒子が数個凝集し、粒子塊として存在する場合、それを大粒径粒子1個としてカウントした。

個数% = (0.12～0.7 μ m内のカウント数/全体のカウント数) × 100

【0057】◎ α -アルミナの平均粒径（ μ m）

上記した装置及び条件を用い、直接バック層を観察し、肉眼にて確認できるもののサイズを測定し、平均化した値を平均粒径とした。

【0058】◎中心線平均粗さRa（nm）

サーフコム590A〔（株）東京精密製〕を用い、針径2 μ m、スキャン速度0.03mm/sec、カットオフ0.08mmの条件で行った。

【0059】（2）磁性層の特性

◎ α -アルミナの平均粒径（ μ m）

バック層について測定した方法と同じ方法で測定した。

【0060】（3）磁気テープの特性

◎出力

得られた3.8mm幅の磁気テープをDAT用カセットに装填し、試験用DATテープカセットを得た。得られた試験用DATテープカセットとMediaLogic製、商品名「Tape Evaluator Model 4500」とを用いて、上記磁気テープに4.7MHzの信号を記録し、これを再生した際の出力（再生出力）を測定した。尚、4.7MHzの記録波長は0.07 μ mであった。

【0061】◎バック層削れ

磁気テープをDDS Driveにて、20メガバイト分の区間を2000回繰り返した走行させ、その区間の

バック層表面の削れを肉眼及び実体顕微鏡にて目視観察し、その度合いを下記5段階評価した。

- 1：削れが観察されなかった。
- 2：テープ片端に削れあり。
- 3：テープ両端に削れあり。
- 4：テープ全体面に削れあり。剥離無し。
- 5：テープ全体面に削れあり。剥離箇所有り。

【0062】〔実施例2〕実施例1において、バック層に使用する α -アルミナの平均粒径を0.25 μm に変更する以外は実施例1を繰り返した。

【0063】〔実施例3〕実施例1において、バック層に使用する α -アルミナの平均粒径を0.30 μm に変更する以外は実施例1を繰り返した。

【0064】〔比較例1〕実施例1において、バック層に α -アルミナを配合せず、しかも第一の分散液と第二の分散液を混合後、分散工程を行わない以外は実施例1を繰り返した。

【0065】〔比較例2〕実施例1において、第一の分*

* 散液と第二の分散液を混合後、分散工程を行わない以外は実施例1を繰り返した。

【0066】〔比較例3〕実施例1において、第一の分散液の α -アルミナのサイズを0.30 μm とし、第一の分散液と第二の分散液を混合後、分散工程を行わない以外は実施例1を繰り返した。

【0067】〔比較例4〕実施例1において、第一の分散液に使用する α -アルミナの平均粒径を0.5 μm とした以外は実施例1を繰り返した。

10 【0068】〔比較例5〕実施例1において、バック層に使用する第一の分散液の無機質粒子を α -アルミナから、炭酸カルシウム(CaCO_3)に変更する以外は実施例1を繰り返した。

【0069】以上の実施例2～3及び比較例1～5の結果を実施例1の結果と共に〔表1〕に示す。

【0070】

〔表1〕

	バック層の調製法	バック層の特性			磁性層の特性	磁気テープの特性	
		粒径0.12～0.7 μm の α - Al_2O_3 粉体の個数% (%)	α -アルミナの平均粒径 d_1 (μm)	中心値平均粗さ R_a (nm)	α -アルミナの平均粒径 d_2 (μm)	出力 (dB)	バック層削れ
実施例	1 別分散液→混合→分散	98	0.20	6.5	0.10	+2.0	1
	2 別分散液→混合→分散	97	0.25	7.0	0.10	+1.7	1
	3 別分散液→混合→分散	95	0.30	8.0	0.10	+1.5	1
比較例	1 別分散液→混合→未分散	無	—	6.0	0.10	+2.0	5
	2 別分散液→混合→未分散	50	0.20	13.0	0.10	-1.8	2
	3 別分散液→混合→未分散	40	0.3	15.0	0.10	-2.5	2
	4 別分散液→混合→分散	60	0.5	12.0	0.10	-2.0	2
	5 別分散液→混合→分散	注1		6.5	0.10	+2.0	4

注1： CaCO_3 粉体使用（モース硬度3、粒径0.12～0.7 μm の範囲の粉体は95個数%以上、平均粒径は0.18 μm である）

【0071】上記〔表1〕の結果から明らかなように、バック層に、モース硬度が9であって、0.12～0.7 μm の粒径の粉体が95個数%以上占める α -アルミナ粉体を含有する本発明の磁気テープは、転写が防止されているので、出力が高水準に維持され、且つバック層削れがなく走行耐久性に優れることが明らかである。それに対して、無機粒子を含まない場合、モース硬度が7

【0072】

【発明の効果】本発明の磁気記録媒体は、バック層にモ

ース硬度7以上であって、しかも特定の粒径分布の無機質粉体を含有しているもので、耐摩耗性に優れ、且つバック層の磁性層への転写が防止されている。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、本発明の磁気記録媒体の構造を示す概略断面図である。

40 【符号の説明】

- 1 磁気記録媒体
- 2 非磁性支持体
- 3 中間層
- 4 磁性層
- 5 バック層

(10)

特開平10-312530

【図1】

